

**Bibliographic Fields****Document Identity**

(19)【発行国】

日本国特許庁(JP)

(12)【公報種別】

公開特許公報(A)

(11)【公開番号】

特開平11-109555

(43)【公開日】

平成11年(1999)4月23日

**Public Availability**

(43)【公開日】

平成11年(1999)4月23日

**Technical**

(54)【発明の名称】

光像形成材料

(51)【国際特許分類第6版】

G03C 1/675

B41M 5/28

G03F 7/004 507

【FI】

G03C 1/675 Z

G03F 7/004 507

B41M 5/18 112

【請求項の数】

2

【出願形態】

OL

【全頁数】

6

**Filing**

【審査請求】

未請求

(21)【出願番号】

特願平9-270206

(19) [Publication Office]

Japan Patent Office (JP)

(12) [Kind of Document]

Unexamined Patent Publication (A)

(11) [Publication Number of Unexamined Application]

Japan Unexamined Patent Publication Hei 11- 109555

(43) [Publication Date of Unexamined Application]

1999 (1999) April 23\*

(43) [Publication Date of Unexamined Application]

1999 (1999) April 23\*

(54) [Title of Invention]

**LIGHT IMAGE MOLDING MATERIAL**

(51) [International Patent Classification, 6th Edition]

G03C 1/675

B41M 5/28

G03F 7/004 507

【FI】

G03C 1/675 Z

G03F 7/004 507

B41M 5/18 112

【Number of Claims】

2

【Form of Application】

OL

【Number of Pages in Document】

6

【Request for Examination】

Unrequested

(21) [Application Number]

Japan Patent Application Hei 9- 270206

JP1999109555A

1999-4-23

(22)【出願日】

平成9年(1997)10月2日

(22) [Application Date]

1997 (1997) October 2\*

**Parties**

**Applicants**

(71)【出願人】

【識別番号】

000005201

【氏名又は名称】

富士写真フイルム株式会社

【住所又は居所】

神奈川県南足柄市中沼210番地

(71) [Applicant]

[Identification Number]

000005201

[Name]

FUJI PHOTO FILM CO. LTD. (DB 69-053-6693)

[Address]

Kanagawa Prefecture Minami Ashigara City Nakanuma  
210address

**Inventors**

(72)【発明者】

【氏名】

島田 浩一

【住所又は居所】

静岡県富士宮市大中里200番地 富士写真フ  
イルム株式会社内

(72) [Inventor]

[Name]

Shimada Hirokazu

[Address]

Shizuoka Prefecture Fujinomiya City Oonakazato 200address  
Fuji Photo Film Co. Ltd. (DB 69-053-6693) \*

**Agents**

(74)【代理人】

【弁理士】

【氏名又は名称】

中島 淳 (外4名)

(74) [Attorney(s) Representing All Applicants]

[Patent Attorney]

[Name]

Nakajima Atsushi (\*4 persons )

**Abstract**

(57)【要約】

【課題】

記録前の保存性や記録時の発色性を低下させ  
ることなく、製造時の酢酸エチルを吸引を必要と  
せず、小型の反応装置においても製造可能な  
光像形成材料を提供する。

【解決手段】

支持体上に、酸化発色可能なロイコ染料、光酸  
化剤及び還元剤を含有する塗布層を形成した  
光像形成材料において、該ロイコ染料と光酸化  
剤とを含有する組成物及び還元剤のいずれか  
一方が、スチレン単位、アクリル酸単位の少な  
くとも1種以上の単位を含み、アルカリ水溶液に  
可溶なポリマーを壁材とするカプセルに内包さ

(57) [Abstract]

[Problems to be Solved by the Invention]

storage property of prerecording and color development when  
recording without decreasing, ethylacetate when producing  
absorption it does not need, it offers producible light image  
molding material regarding reactor of miniature .

[Means to Solve the Problems]

On carrier , any one of composition and reductant which  
contain the said leuco dye and photooxidizer in light image  
molding material which formed paint layer which contains  
oxidatively colorable leuco dye , photooxidizer and  
reductant , including unit of at least 1 kind of the styrene unit ,  
acrylic acid unit , it designates that encapsulation it is done as  
feature in capsule which designates soluble polymer as wall

れていることを特徴とする。

#### Claims

##### 【特許請求の範囲】

##### 【請求項 1】

支持体上に、酸化発色可能なロイコ染料、光酸化剤及び還元剤を含有する塗布層を形成した光像形成材料において、該ロイコ染料と光酸化剤とを含有する組成物及び還元剤のいずれか一方が、スチレン単位、アクリル酸単位の少なくとも 1 種以上の単位を含み、アルカリ水溶液に可溶なポリマーを壁材とするカプセルに内包されていることを特徴とする光像形成材料。

##### 【請求項 2】

更に定着促進剤としてビスフェノール化合物を含有することを特徴とする請求項 1 に記載の光像形成材料。

#### Specification

##### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

##### 【発明の属する技術分野】

本発明はブルー紙、プリントアウト紙、オーバーレイフィルム等に用いることのできる光像形成材料に関するものであり、特に熱定着可能なロイコ染料系光像形成材料に関するものである。

更に詳しくは、熱定着感度に優れた光像形成材料に関する。

##### 【0002】

##### 【従来の技術】

従来、ブルー紙、プリントアウト紙、オーバーレイフィルム等の用途に用いることのできる光像形成材料は、画像露光することで感光部分が可視化されるいわゆるフリッジカル写真として、多くの写真的応用がなされてきている。

##### 【0003】

これに関して特に有効なものは、光酸化剤を使って各種のロイコ染料をその対応する染料にラジカル酸化発色させる方法である。

これらは光に対して感受性であるため、露光により染料画像を形成させた後においても通常の室内光線、太陽光又は白色光に曝された場合に色形成が進行し、画像の保存性が問題とな

material in aqueous alkali solution .

##### [Claim(s)]

##### [Claim 1]

On carrier , any one of composition and reductant which contain the said leuco dye and photooxidizer in light image molding material which formed paint layer which contains oxidatively colorable leuco dye , photooxidizer and reductant , including unit of at least 1 kind of the styrene unit , acrylic acid unit , in capsule which designates soluble polymer as wall material in the aqueous alkali solution encapsulation light image molding material . which designates that it is done as feature

##### [Claim 2]

Furthermore light image molding material . which is stated in Claim 1 which designates that bisphenol compound is contained as fixing promoter as feature

##### [Description of the Invention]

##### [0001]

##### [Technological Field of Invention]

As for this invention being something regarding light image molding material which can use for proof paper , print out paper , overlay film etc, it is something regarding especially thermal fixation possible leuco dye type light image molding material .

Furthermore details regard light image molding material which is superior in thermal fixation sensitivity .

##### [0002]

##### [Prior Art]

Until recently, many photographic applications have done light image molding material which can use for proof paper , print out paper , overlay film or other application , photosensitive portion as so-called free radical photograph which visualization is done by fact that image exposure it does.

##### [0003]

Any especially effective things, using photooxidizer , various leuco dye that the radical oxidation is colored are method which in dye which corresponds in regard to this.

As for these because it is a sensitivity vis-a-vis light, when conventional interior light line, it was exposed to sunlight or white light , with exposure the dye image in after forming color formation advances, storage property of the image

る。

そこで画像露光後、さらなる所望されない発色反応を防止するため、定着を行うという方法がいくつか提案されている。

例えば、ロイコ染料と光酸化剤とが共にマイクロカプセル中に内包され、かつ該マイクロカプセルの外側に還元剤を存在させてた系において、露光後に加熱処理を行って発色成分を失活させることにより定着を行う光像形成材料が特開平2-44号公報に開示されている。

この光像形成材料は記録前のロイコ染料の失活を防止し、保存安定性を向上させるために前記のようにロイコ染料と光酸化剤とをマイクロカプセル化するか、還元剤をマイクロカプセル化することが必要であり、これらのマイクロカプセルの壁材として通常は、ポリウレタン、ポリウレア系のポリマーが用いられている。

【0004】

これらのポリマーはマイクロカプセル壁材としては熱応答性が良好であり、従って記録材料の感度を低下させないという優れた特性を有しているが、その製造工程において、これらのモノマーを溶解させるために酢酸エチルを使用することが必要であった。

【0005】

この酢酸エチルはカプセル化工程において気化するため、減圧により気化した酢酸エチルを吸引することが一般的である。

また、ポリウレタン、ポリウレア系のポリマーは重合反応過程において炭酸ガスが発生し、仕込み時の液量に比較して反応時の液容量が大幅に増加するため、反応装置の大型化が必要であるという問題があった。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

従って、本発明の目的は、記録前の保存性や記録時の発色性を低下させることなく、製造時の酢酸エチル等の溶剤の吸引を必要とせず、小型の反応装置においても製造可能な光像形成材料を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明の目的は、酸化発色可能なロイコ染料及び光酸化剤、或いは還元剤を内包するマイクロカプセルの壁材として特定のポリマーを用い

becomes problem .

In order after image exposure , further to prevent coloration reaction which is not desired , method that several is proposed then becomes fixed .

for example leuco dye and photooxidizer encapsulation are done together in microcapsule , at same time in outside of said microcapsule after exposing heat treatment is done and it exists reductant in system , light image molding material which becomes fixed by inactivation doing coloring component is disclosed in Japan Unexamined Patent Publication Hei 2- 44 disclosure .

this light image molding material prevents inactivation of leuco dye of prerecording , in order to improve aforementioned way leuco dye and photooxidizer microencapsulation are done , or microencapsulation reductant it is necessary to do , with storage stability as wall material of these microcapsule usually , polymer of polyurethane , polyurea type is used .

【0004】

These polymer heat responsiveness being satisfactory as microcapsule wall material , therefore the sensitivity of recording material do not decrease have had characteristic which is superior , but it was necessary to use ethylacetate in order to melt these monomer in production step .

【0005】

As for this ethylacetate in order to evaporate in encapsulation step , it is general to absorb ethylacetate which evaporates with vacuum .

In addition , in order as for polymer of polyurethane , polyurea type carbon dioxide gas occurs in polymerization reaction process , liquid volume when reacting greatly to increase by comparison with liquid volume at time of addition , there was a problem that scale-up of reactor is necessary .

【0006】

【Problems to be Solved by the Invention】

Therefore , as for objective of this invention , storage property of prerecording and color development when recording without decreasing , absorption of ethylacetate or other solvent when producing it is not to need , to offer producible light image molding material regarding the reactor of miniature .

【0007】

【Means to Solve the Problems】

objective of this invention was achieved by using specific polymer the encapsulation is done oxidatively colorable leuco dye and photooxidizer , or reductant as wall material of the

ることにより、達成された。

[0008]

即ち、本発明の光像形成材料は、支持体上に、酸化発色可能なロイコ染料、光酸化剤及び還元剤を含有する塗布層を形成した光像形成材料において、該ロイコ染料と光酸化剤とを含有する組成物及び還元剤のいずれか一方が、スチレン単位、アクリル酸単位の少なくとも1種以上の単位を含み、アルカリ水溶液に可溶なポリマー(以下、適宜、アルカリ可溶性ポリマーと称する)を壁材とするカプセルに内包されていることを特徴とする。

[0009]

また、この光像形成材料には、さらに、定着促進剤としてビスフェノール化合物を含有することが好ましい。

[0010]

[発明の実施の形態]

以下に、本発明の各構成要件について、詳細に説明する。

[0011]

本発明に用い得る酸化発色可能なロイコ染料としては、例えば米国特許第 3445234 号に記載されているものが好ましい。

具体的には、(A) アミノトリアリルメタン、アミノキサンテン、アミノチオキサンテン、アミノ-9,10-ジヒドロアクリジン、アミノフェノキサジン、アミノフェノチアジン、アミノジヒドロフェナジン、アミノジフェニルメタン、ロイコインダミン、(B) アミノヒドロ桂皮酸(シアノエタン)、ヒドラジン、ロイコインジゴイド染料、アミノ-2,3-ジヒドロアントラキノン、テトラハロ-p,p,-ビフェノール、2-(p-ヒドロキシフェニル)-4,5-ジフェニルイミダゾール、フェネチルアニリン。

これらのロイコ形の中で(A)は1個の水素原子を失うことにより、(B)は2個の水素原子を失うことにより母体染料を生成する。

具体的には、トリス(4-ジメチルアミノフェニル)メタン、トリス(4-ジエチルアミノフェニル)メタン、トリス(4-ジエチルアミノ-2-メチルフェニル)メタン、ビス(4-ジエチルアミノフェニル)-(4-ジエチルアミノ-2-メチルフェニル)メタン、ビス(4-ジエチルアミノ-2-メチルフェニル)-(4-ジエチルアミノフェニル)メタン、ビス(1-エチル-2-メチルインドール-3-イル)フェニルメタン、2-N-(3-トリフルオロメチルフェニル)-N-エチルアミノ-6-ジエチルアミノ-9-(2-メトキシカルボニルフェニル)キサンテン、2-(2-クロロフ

microcapsule which.

[0008]

Namely, light image molding material of this invention, on carrier, any one of composition and reductant which contain said leuco dye and photooxidizer in light image molding material which formed paint layer which contains oxidatively colorable leuco dye, photooxidizer and reductant, including the unit of at least 1 kind of styrene unit, acrylic acid unit, designates that encapsulation it is done as feature in capsule which designates soluble polymer (Below, as needed, alkali solubility polymer it names) as wall material in aqueous alkali solution.

[0009]

In addition,, it is desirable in this light image molding material to contain bisphenol compound furthermore, as fixing promoter.

[0010]

[Embodiment of the Invention]

Below, you explain in detail concerning each constitution requirement of this invention.

[0011]

Those which are stated in for example U. S. Patent No. 3445234 number as oxidatively colorable leuco dye which it can use for this invention, are desirable.

Concrete, (A) amino triaryl methane, [aminokisanten], amino thioxanthene, amino -9, 10-dihydro acridine, amino phenoxazine, amino phenothiazine, amino dihydro phenazine, amino diphenylmethane, leuco indamine, (B) amino hydro cinnamic acid (cyano ethane), hydrazine, leuco indigoid dye, amino -2, 3- dihydro anthraquinone, tetra halo p, p, -biphenol, 2- (p- hydroxyphenyl) - 4 and 5 -biphenyl imidazole, phenethyl aniline.

As for (A) by losing hydrogen atom of 1, as for (B) matrix dye is formed in these leuco shapes by losing hydrogen atom of 2.

Concretely, tris (4 -dimethylamino phenyl) methane, tris (4 -diethyl amino phenyl) methane, tris (4 -diethyl amino -2- methyl phenyl) methane, bis (4 -diethyl amino phenyl) - (4 -diethyl amino -2- methyl phenyl) methane, bis (4 -diethyl amino -2- methyl phenyl) - (4 -diethyl amino phenyl) methane, bis (1 -ethyl -2- methyl indole -3- yl) -phenyl methane, 2- N- (3 -trifluoromethyl phenyl) -N- ethylamino -6-diethyl amino -9- (2 -methoxycarbonyl phenyl) xanthene, 2- (2 -chlorophenyl) amino -6-dibutyl amino -9- (2 -methoxycarbonyl phenyl) xanthene, 2- dibenzyl amino

エニル)アミノ-6-ジブチルアミノ-9-(2-メトキシカルボニルフェニル)キサンテン、2-ジベンジルアミノ-6-ジエチルアミノ-9-(2-メトキシカルボニルフェニル)キサンテン、ベンゾ[a]-6-N,N-ジエチルアミノ-9-(2-メトキシカルボニルフェニル)キサンテン、2-(2-クロロフェニル)-アミノ-6-ジブチルアミノ-9-(2-メチルフェニルカルボキサミドフェニル)キサンテン、3,6-ジメトキシ-9-(2-メトキシカルボニル)-フェニルキサンテン、ベンゾイルロイコメチレンブルー、3,7-ビス-ジエチルアミノフェノキサジン等を挙げることができる。

#### [0012]

本発明に用いられる光酸化剤とは、露光されないと化学的に不活性であるが、可視光線、紫外線、赤外線、X線のような活性放射線により露光されると、ロイコ染料をその発色型に酸化する化学種を生ずるものである。

本発明に使用される代表的な光酸化剤としては、特公昭 62-39728 号公報、特公昭 63-2099 号公報などに記載の 2,4,5-トリアリルイミダゾール二量体の如きロフィンダイマ-化合物、米国特許 3282693 号記載の 2-アジドベンゾオキサゾール、ベンゾイルアジド、2-アジドベンズイミダゾールの如きアジド化合物、米国特許 3615568 号記載の 3'-エチル-1-メトキシ-2-ピリドチアシアニンパクロレト、1-メトキシ-2-メチルピリジニウム-p-トルエンスルホネート等のピリジニウム化合物、N-ブロモサクシンイミド、トリブロモメチルフェニルスルホン、2-トリクロロメチル-5-(p-ブトキシチリル)-1,3,4-オキサジアゾール、2,6-ジトリクロロメチル-4-(p-メトキシフェニル)-トリアジン等の有機ハロゲン化合物、日本写真学会 1968 年春季研究発表会講演要旨 55 ページ記載のアジドポリマ-等を挙げることができる。

これらのうちロフィンダイマ-化合物及び有機ハロゲン化合物が好適で、更に両者の併用が高感度化を実現できるので最適である。

本発明の光像形成材料におけるロイコ染料と光酸化剤の使用量はモル比で 10:1~1:10 の割合が好ましく、更に好ましくは 2:1~1:2 である。

#### [0013]

本発明においてロイコ染料との熱溶解において発色反応を起こす還元剤としては、公知のものを適宜選択して使用することができ、例えば、フェノール系化合物、トリフェニルメタン系化合物、含硫フェノール性化合物等が挙げられる。

-6-diethyl amino -9- (2-methoxycarbonyl phenyl) xanthene , benzo [a] - 6 -N, N- diethyl amino -9- (2-methoxycarbonyl phenyl) xanthene , 2- (2-chlorophenyl) -amino -6-dibutyl amino -9- (2-methylphenyl carboxamide phenyl) xanthene , 3, 6-dimethoxy -9- (2-methoxycarbonyl) -phenyl xanthene , benzoyl leuco methylene blue , 3, 7-bis -diethyl amino phenoxazine etccan be listed.

#### [0012]

photooxidizer which is used for this invention , unless it is exposed, is the inactivity in chemical , but when it is exposed by activity radiation like the visible light , ultraviolet light , infrared light , X-ray , leuco dye it is something which causes chemical species which the oxidation is done in coloration type.

3 &apos; -ethyl -1- methoxy -2- pyridothiacyanine perchlorate , 1- methoxy -2- methylpyridinium -p- toluene sulfonate or other pyridinium compound , N- bromo succinimide , tribromo methylphenyl sulfone , 2-trichloromethyl -5- which are stated in azide compound , U.S. Patent 3615568 number 2 -azido benzoxazole , benzoyl azido , 2- azido benzimidazole where it states in lophine dimer , U.S. Patent 3282693 number 2, 4 and 5 -triaryl imidazole dimer where it states in Japan Examined Patent Publication Sho 62-39728 disclosure , Japan Examined Patent Publication Sho 63-2099 disclosure etc as representative photooxidizer which is used for this invention , way way (p-butoxy styryl) - 1, 3 and 4 -oxadiazole , 2, 6-di trichloromethyl -4- (p- methoxyphenyl) azido polymer etc which is stated in -triazine or other organohalogen compound , Photographic Society of Japan 1968 Spring Research Symposium Abstract 55 page can be listed.

lophine dimer and organohalogen compound among these being ideal, because furthermore combined use of both can actualize increasing sensitivity , it is a optimum .

amount used of leuco dye and photooxidizer in light image molding material of this invention 10: 1 -1: ratio of 10 is desirable with mole ratio , furthermore it is a preferably 2:1~1:2.

#### [0013]

Regarding to this invention, selecting those of public knowledge appropriately as reductant which causes coloration reaction in hot melting of leuco dye , it can use, for example phenol type compound , triphenyl methane compound , sulfur-containing phenolic compound etc can list.

## 【0014】

本発明の光像形成材料においては、発色に関与する(1) 酸化発色可能なロイコ染料と光酸化剤を共に含有する組成物或いは(2) 該ロイコ染料と発色反応を起こす還元剤の少なくとも一方をマイクロカプセルに内包することを要するが、そのマイクロカプセル壁材として、常温ではマイクロカプセル壁の物質隔離作用により、マイクロカプセル内外の物質の接触を妨げ、ある温度以上に加熱された時のみ物質の透過性が上がる下記のアルカリ可溶性ポリマーを用いる。

## 【0015】

上記本発明で使用するアルカリ可溶性ポリマーを壁材とするマイクロカプセルは、W/O 型乳分化分散し、オイル内部にロイコ染料と光酸化剤又は還元剤と、有機酸を共存させ、酸性成分が内部から溶出してアルカリ可溶性樹脂を疎水化して隔壁とし被覆する作用をする。

本発明で用いるマイクロカプセルの粒度分布は、 $1\mu\text{m}$  から  $10\mu\text{m}$  の分布となり、D50 は  $3\mu\text{m}$  から  $8\mu\text{m}$  の範囲が熱応答感度がよく圧力による破壊もない。

## 【0016】

次にここでマイクロカプセル壁材として用いられるアルカリ可溶性のポリマーについて説明する。

## 【0017】

本発明で用いるアルカリ水溶液に可溶なポリマー(以下、適宜アルカリ可溶性ポリマーと称する)としては、スチレン単位及び/又はアクリル酸単位を含み、水不溶性であり、アルカリ水溶液に可溶なポリマーが挙げられ、例えば、ポリアクリル酸、ポリメタクリル酸、イソブチレン-無水マレイン酸共重合体、ジイソブテン-無水マレイン酸共重合体、スチレン-無水マレイン酸共重合体、エチレン-アクリル酸共重合体、スチレン-アクリル酸共重合体、スチレン-メタクリル酸共重合体から選択される1種又は2種以上であって、前記溶解特性を有するものが挙げられる。

これらのポリマーのアルカリ可溶性は、共重合体のモノマー比や架橋剤の使用により、公知の方法で適宜調整し得る。

本発明において、アルカリ水溶液に可溶であるとは、pH10 以上の水溶液に均一透明に溶解す

## 【0014】

Regarding light image molding material of this invention, (1) oxidatively colorable leuco dye and composition or (2) which participate in coloration said leuco dye and at least one contains photooxidizer together of reductant which causes coloration reaction fact that the encapsulation it does is required in microcapsule, but as microcapsule wall material, with the ambient temperature with substance separating action of microcapsule wall, contact of substance of microcapsule inside and outside interference, When being heated to a certain temperature or higher only, below-mentioned alkali solubility polymer where permeability of substance rises is used.

## 【0015】

W/O type emulsification to do microcapsule which designates alkali solubility polymer which is used with above-mentioned this invention as wall material, leuco dye and photooxidizer or reductant and organic acid coexisting in oil interior, acidic component liquating from interior, hydrophobicizing doing alkali soluble resin, it makes the septum and it does action which sheath is done.

particle size distribution of microcapsule which is used with this invention becomes distribution of  $1\mu\text{m}$  to  $10\mu\text{m}$ , as for D50 from  $3\mu\text{m}$  range of  $8\mu\text{m}$  thermal response to be good is not either destruction with pressure.

## 【0016】

Next here you explain concerning polymer of alkali solubility which is used as microcapsule wall material.

## 【0017】

Including styrene unit and/or acrylic acid unit in aqueous alkali solution which is used with this invention the soluble polymer (Below, as needed alkali solubility polymer it names) as, with water insoluble, you can list to aqueous alkali solution soluble polymer, with one, two or more kinds which is selected from for example polyacrylic acid, poly methacrylic acid, isobutylene-maleic anhydride copolymer, diisobutene-maleic anhydride copolymer, styrene-maleic anhydride copolymer, ethylene-acrylic acid copolymer, styrene-acrylic acid copolymer, styrene-methacrylic acid copolymer, you can list those which possess aforementioned dissolution characteristic.

It can adjust alkali solubility of these polymer, appropriately with known method with monomer ratio of copolymer and use of crosslinking agent.

Regarding to this invention, soluble is with, it points to fact that it melts in uniform transparent in aqueous solution of pH

ることを指す。

これらのアルカリ可溶性ポリマーのなかでも、スチレン-アクリル酸共重合体、スチレン-メタクリル酸共重合体単独またはこれらとイソブチレン-無水マレイン酸共重合体またはスチレン-無水マレイン酸共重合体との混合体が、溶解性の観点から特に好ましい。

また、カプセルの特性を制御するため、他のアルカリ可溶性ポリマー、例えば、カゼイン、変性PVA、CMC、アラビアゴム等を併用することができる。

#### 【0018】

本発明において、このアルカリ可溶性ポリマーを壁材とするカプセルの製法は、相分離法で実施することが好ましい。

従って、壁材として使用するポリマーのガラス転移温度(Tg)は95 deg Cから105 deg Cの範囲であり、分子量は重量平均分子量で数千から数万の範囲のものを使用することが好ましい。

即ち、Tgが105 deg Cを超えるもの、或いは、分子量が数万のオーダーを超えるものでは、カプセル壁の被覆率が低下して相分離がうまく行えず、また、Tgが95 deg C未満、或いは、分子量が数千に満たないものでは、カプセル壁間のブロッキングによる凝集により粗粒子化が進む虞があり、いずれも好ましくない。

#### 【0019】

本発明のアルカリ可溶性ポリマーによるカプセル液の調製に用いる水不溶性の有機溶媒としては、リン酸トリクレジル、リン酸トリオクチル、リン酸オクチルジフェニル、リン酸トリシクロヘキシル、フタル酸ジブチル、フタル酸ジオクチル、フタル酸ジラウリル、フタル酸ジシクロヘキシル、オレイン酸ブチル、セバシン酸ジオクチル、セバシン酸ジブチル、アジピン酸ジオクチル、トリメリット酸トリオクチル、クエン酸アセチルトリエチル、マレイン酸オクチル、マレイン酸ジブチル等が挙げられる。

#### 【0020】

本発明においては、アルカリ可溶性ポリマーによるカプセル調製にあたり、加熱相分離法を用いることが好ましい。

この加熱相分離法によるカプセルの具体的な製法は、アルカリ可溶性樹脂に溶解可能な量のア

10 or more to aqueous alkali solution .

Even in these alkali solubility polymer , styrene-acrylic acid copolymer , styrene -methacrylic acid copolymer alone or these and mixture of isobutylene -maleic anhydride copolymer or styrene -maleic anhydride copolymer , especially is desirable from viewpoint of solubility .

In addition, in order to control characteristic of capsule , other alkali solubility polymer , for example casein , modified PVA , CMC , gum arabic etc can be jointly used.

#### 【0018】

Regarding to this invention, as for production method of capsule which designates this alkali solubility polymer as wall material , it is desirable to execute with phase separation method .

Therefore, as for glass transition temperature (Tg ) of polymer which you use as the wall material , in range of 105 deg C, as for molecular weight it is desirable from 95 deg C with weight average molecular weight to use those of range of several 10,000 or greater from the several thousand .

Namely, those where Tg exceeds 105 deg C. Or, coating ratio of capsule wall decreasing, phase separation cannot do with anywhere molecular weight exceeds order of several 10,000 or greater , well, in addition, the Tg under 95 deg C, or, with those where molecular weight is not full in several thousand , is an apprehension where coarse particle conversion advances with cohesion with blocking between capsule wall , none is desirable.

#### 【0019】

You can list tricresyl phosphate , trioctyl phosphate , octyl diphenyl phosphate , tricyclohexyl phosphate , dibutyl phthalate , dioctyl phthalate , dilauryl phthalate , dicyclohexyl phthalate , butyl oleate , dioctyl sebacate , dibutyl sebacate , dioctyl adipate , trimellitic acid trioctyl , acetyl trimethyl citrate , octyl maleate , dibutyl maleate etc as water insoluble organic solvent which is used for manufacturing capsule liquid with alkali solubility polymer of this invention .

#### 【0020】

Regarding to this invention, it hits to capsule preparation with alkali solubility polymer , it is undesirable to use heating phase separation method .

While heating to 50 deg C~60 deg C extent in alkali soluble resin including ammonia water of the soluble quantity, it



ンモニア水を加え 50 deg C~60 deg C 程度に加温しながら攪拌し溶解する。

次に、ロイコ染料含有組成物又は光酸化剤と酢酸を共にフタル酸エステル系溶剤などの有機溶媒に溶解させる。

この時の酢酸の添加量はステレン-アクリル酸共重合体等の壁材として用いるポリマーの酸化数に合わせて調整する。

次にロイコ染料等カプセルに内包される成分が溶解された有機溶剤を、その 2 倍量のアルカリ可溶性樹脂溶液に混合し、市販のホモミキサーで攪拌し乳化物を得る。

この液を 60 deg C の液温で 30 分間攪拌後、pH が 7 になるのを確認し終点とする。

この時のカプセル粒子径は攪拌速度によっても影響を受けるが、芯剤の粒子径によりほぼ決定される。

かくして調製されたカプセル分散液を市販のレーザ散乱回折粒度分布計(LA-910:堀場製作所社製)で測定し D50 を算出したところ、5  $\mu$ m から 10  $\mu$ m の範囲に調製されていることが明らかになった。

このカプセルをガラス板にとり電子顕微鏡で形状を観察した結果、芯物質はステレン-アクリル酸共重合体に内包された連続粒子状態であった。

この加熱相分離によるカプセル化法は従来の界面重合法等に比べて安価に製造できるメリットがある。

#### 【0021】

さらに、このマイクロカプセル化方法では、低沸点の補助溶剤である酢酸エチルなどの気化し易い溶媒を必ずしも必要としないため、減圧により気化した酢酸エチルを吸引する工程が不要となる。

また、溶解性等の観点から、酢酸エチルを少量使用した場合でもその気化の影響を無視できる程度の使用量に止めても、マイクロカプセル化の工程に問題はなく、得られたマイクロカプセルの特性が低下することはない。

さらに、本発明のマイクロカプセル壁材のポリマーは重合反応過程における炭酸ガス等の気体

agitates exemplary production method of capsule, with this heating phase separation method and melts.

Next, leuco dye containing composition or photooxidizer and acetic acid are melted in phthalic acid ester solvent or other organic solvent together.

As for addition quantity of acetic acid at time of this adjusting to oxidation number of polymer which it uses as styrene-acrylic acid copolymer or other wall material you adjust.

Next it mixes such as leuco dye component which encapsulation is done is melted organic solvent where, to alkali soluble resin solution of 2 times amount in capsule, agitates with commercial homogenizer and obtains emulsion.

this liquid you verify that with liquid temperature of 60 deg C 30 minute after stirring, pH become 7 and make endpoint.

capsule particle diameter at time of this receives influence even with the stirring speed, but it is almost decided by particle diameter of core agent.

capsule dispersion which is manufactured in this way was measured with the commercial laser scattering diffraction particle size analyzer (LA-910:Horiba Ltd. (DB 69-053-7410) supplied) and when D50 was calculated, it became clear to be manufactured to range of 5  $\mu$ m to 10  $\mu$ m.

Result and core substance which take this capsule in glass sheet and observe the geometry with electron microscope were continual particulate state which encapsulation is done in styrene-acrylic acid copolymer.

As for encapsulation technique there is a merit which can be produced in inexpensive in comparison with conventional interfacial polymerization method etc with this heating phase separation.

#### 【0021】

Furthermore, with this microencapsulation method, because ethylacetate or other which is a auxiliary solvent of the low boiling point solvent which is easy to evaporate is not always needed, the step which absorbs ethylacetate which evaporates with vacuum becomes unnecessary.

In addition, from solubility or other viewpoint, stopping in amount used of extent which can ignore influence of evaporation even with when trace you use ethylacetate, there is not a problem in step of microencapsulation, there are not times when characteristic of microcapsule which is acquired decreases.

Furthermore, as for polymer of microcapsule wall material of this invention there is no occurrence of carbon dioxide gas or

の発生がなく、仕込み時の液量が反応の終了時まで変化することがなく、従来のポリマーのマイクロカプセル化反応装置に比較して小型の反応装置が使用できるという利点を有する。

## 【0022】

本発明においては、上記の各成分に加えて、安定性向上及び感度の向上のために定着促進剤として、ビスフェノール化合物を添加することが好ましい。

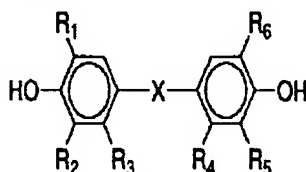
このビスフェノール系化合物は、融点が 50 deg C 以上、好ましくは 120 deg C 以下で常温では固体であるものを使用することができるが、特に下記一般式(1)で表されるビスフェノール化合物が好ましい。

## 【0023】

一般式(1)

## 【0024】

【化 1】



## 【0025】

上式中、X は酸素原子、硫黄原子、SO<sub>2</sub> または炭素数 1~6 のアルキレン基を、R<sub>1</sub>~R<sub>6</sub> は水素原子、アルキル基、アリール基、アラルキル基、アルコキシ基またはアリールオキシ基を表す。

X で表されるもののうち SO<sub>2</sub> または炭素数 1~3 のアルキレン基が好ましい。

このアルキレン基は更に置換基を有していてもよく、置換基としては、アルキル基、アリール基などが挙げられ、アルキル基が好ましく、炭素数 1~3 のアルキル基が特に好ましい。

R<sub>1</sub>~R<sub>6</sub> のうち、水素原子、アルキル基が好ましく、特に水素原子が好ましい。

また具体的には、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンが好ましい。

## 【0026】

本発明に係るビスフェノール化合物は、サンドミル等により固体分散するか、もしくはオイルに溶

other gas in polymerization reaction process, it possesses benefit that the liquid volume at time of addition are not times when it changes to when ending of reaction, can use reactor of miniature by comparison with microencapsulation reaction device of conventional polymer.

## 【0022】

Regarding to this invention, in addition to above-mentioned each component, to add bisphenol compound for improving increased stability and sensitivity as fixing promoter, it is desirable.

this bisphenol compound, melting point 50 deg C or greater, preferably 120 deg C, or less with ambient temperature can use those which are a solid, but bisphenol compound which is displayed with the especially below-mentioned General Formula (1) is desirable.

## 【0023】

General Formula (1)

## 【0024】

[Chemical Formula 1]

## 【0025】

In above equation, as for X alkylene group of oxygen atom, sulfur atom, SO<sub>2</sub> or carbon number 1~6, as for R<sub>1</sub>~R<sub>6</sub> hydrogen atom, alkyl group, aryl group, aralkyl group, alkoxy group or aryloxy group is displayed.

Inside SO<sub>2</sub> of those which are displayed with X or the alkylene group of carbon number 1~3 is desirable.

this alkylene group furthermore has been allowed to have possessed substituent, you can list alkyl group, aryl group etc as substituent, alkyl group is desirable, the alkyl group of carbon number 1~3 especially is desirable.

Among R<sub>1</sub>~R<sub>6</sub>, hydrogen atom, alkyl group is desirable, especially hydrogen atom is desirable.

In addition concretely, 2 and 2-bis (4-hydroxyphenyl) propane is desirable.

## 【0026】

solid dispersion it does bisphenol compound which relates to this invention, with the sand mill, or etc or melts in oil and

解して乳化分散するかして用いるのがよい。

固体分散又は乳化分散する時に保護コロイドを使用することが好ましい。

本発明のビスフェノール化合物の使用量は、フェノール系化合物のモル基準で 0.5~20 倍モル量が好ましく、更に好ましくは 1~10 倍モル量である。

#### 【0027】

本発明の光像形成材料においては、使用前の安定性をさらに向上するために酸化防止剤を含ませることができ、この酸化防止剤はマイクロカプセルに内包させることが好ましい。

酸化防止剤としては、フェノール系化合物、ハイドロキノン系化合物、カテコール系化合物、アニリン系化合物などがこのましい。

具体的には、2,6-ジ-*t*-ブチル-4-メチルフェノール、2,4,6-トリ-*t*-ブチルフェノール、2,5-ジ-*t*-ブチルハイドロキノン、2,3-ジ-*t*-ブチルハイドロキノン、2,5-ジ-*t*-オクチルハイドロキノン、2,5-ジ-*t*-アミルハイドロキノン、3,6-ジ-*t*-ブチルカテコール、*N,N*-ジオクチルアニリン、*N,N*-ジメチル-*p*-トルイジン、*N,N*-ジブチル-*m*-トルイジン、*N,N*-ジエチル-*m*-フエネチジン、*N,N*-ジエチルアミノ-*m*-オクチルオキシベンゼン、6-エトキシ-1,2,3,4-テトラヒドロ-2,2,4-トリメチルキノリン、1,2-ビス(*m*-ジメチルアミノフェノキシ)エタン、1,2-ビス(*m*-ジエチルアミノフェノキシ)エタン、1,3-ビス(*m*-ジエチルアミノフェノキシ)プロパンなどが挙げられる。

光酸化剤と酸化防止剤の混合比はモル比で 10:0.001~10:2 が好ましく、更に好ましくは 10:0.01~10:1 である。

#### 【0028】

本発明において使用できるバインダーとしては従来公知のものを使用することができる。

具体的にはメチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、デンプン類、ゼラチン、ポリビニルアルコール、カルボキシ変性ポリビニルアルコール、ポリアクリルアミド等の水溶性高分子化合物及びラテックス類等が挙げられる。

#### 【0029】

本発明における光像形成材料においては、記録層塗布液中に、本発明の効果を損なわない限りにおいて、所望の特性を付与するための公知の添加剤を使用することができる。

具体的には、例えば、無機及び有機顔料、ワッ

emulsification it does, or, or does and it is good to use.

When solid dispersion or emulsification doing, it is desirable to use protective colloid.

As for amount used of bisphenol compound of this invention, 0.5 - 20 times molar amount are desirable with mole standard of phenol type compound, furthermore it is a preferably 1~10 times molar amount.

#### 【0027】

Regarding light image molding material of this invention, stability before using furthermore it is possible to contain antioxidant in order to improve this antioxidant the encapsulation doing is desirable in microcapsule.

As antioxidant, phenol compound, hydroquinone compound, catechol compound, aniline compound etc is desirable.

Concretely, 2 and 6-di-*t*-butyl-4-methyl phenol, 2,4,6-tri-*t*-butyl phenol, 2,5-di-*t*-butyl hydroquinone, 2,3-di-*t*-butyl hydroquinone, 2,5-di-*t*-octyl hydroquinone, 2,5-di-*t*-amyl hydroquinone, 3,6-di-*t*-butyl catechol, *N,N*-dioctyl aniline, *N,N*-dimethyl-*p*-toluidine, *N,N*-dibutyl-*m*-toluidine, *N,N*-diethyl-*m*-[fuenechijin], you can list *N,N*-diethyl amino-*m*-octyloxy benzene, 6-ethoxy-1,2,3,4-tetrahydro-2,2,4-trimethyl quinoline, 1,2-bis(*m*-dimethylamino phenoxy) ethane, 1,2-bis(*m*-diethyl amino phenoxy) ethane, 1,3-bis(*m*-diethyl amino phenoxy) propane etc.

proportion of photooxidizer and antioxidant 10: 0.001 - 10: 2 is desirable with mole ratio, furthermore it is a preferably 10:0.01~10:1.

#### 【0028】

Regarding to this invention, you can use those of prior public knowledge as binder which you can use.

Concretely methylcellulose, carboxymethyl cellulose, hydroxyethyl cellulose, starch and you can list gelatin, poly vinyl alcohol, carboxylated polyvinyl alcohol, polyacrylamide or other water soluble polymer compound and latex etc.

#### 【0029】

If in recording layer coating solution, effect of this invention is not impaired regarding the light image molding material which this invention can be put, known additive in order to grant the desired characteristic in, can be used.

Concretely, it is possible to add for example inorganic and

クス類、金属石鹸、蛍光増白剤、融点降下剤あるいは界面活性剤などを添加してもよく、本発明における光像形成層の塗布量としては固形分換算で  $2\sim 30\text{g/m}^2$ 、特に  $3\sim 20\text{g/m}^2$  が好ましい。

#### [0030]

本発明に使用される支持体としては、中性紙、酸性紙、再生紙などの紙、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、ポリエチレン、ポリビニルアセテート、ポリメチルメタクリレート、ポリビニルクロライド等のプラスチックフィルムなどが挙げられる。

支持体に塗布する方法としては、エア-ナイフコート法、カ-テンコート法、スライドコート法、ローラ-コート法、ディップコート法、ワイヤー-バーコート法、ブレードコート法、グラビアコート法、スピコート法あるいはエクストル-ジョンコート法等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

又、必要により支持体上に下塗り層を設けたり、或いは光像形成層上に被覆層を設けたりしてもよい。

下塗り層や被覆層はバインダーや無機または有機の顔料を含むことが好ましい。

#### [0031]

本発明において使用できる光源としては特に限定されるものではなく、蛍光灯、水銀ランプ、メタルハライドランプ、キセノンランプ、タングステンランプ等を使用することができる。

本発明における画像の定着は、加熱によりマイクログラブルセル壁を通して光酸化剤と還元剤の接触で有効に達成しうるが、加熱と加圧を同時に行うことで相乗的な効果を期待することができる。

#### [0032]

##### 【実施例】

以下に実施例を示すが、本発明はこれに限定されるものではない。

なお、添加量を示す「部」は「重量部」を示す。

#### [0033]

##### (実施例 1)

トリス(4-ジメチルアミノフェニル)メタン 1 部、トリス(4-ジエチルアミノ-2-メチルフェニル)メタン 2.4 部、2,2'-ビス-(o-クロロフェニル)-4,4',5,5'-テト

organic pigment, waxes, metal soap, fluorescent whitener, melting point drop agent or boundary surfactant etc,  $2 - 30\text{g/m}^2$ , especially  $3 - 20\text{g/m}^2$  are desirable with the solid fraction conversion as coating amount of light image forming layer in this invention.

#### [0030]

You can list neutral paper, acidic paper, regenerated paper or other paper, polyethylene terephthalate, polyethylene naphthalate, polyethylene, poly vinyl acetate, polymethylmethacrylate, poly vinyl chloride or other plastic film etc as carrier which is used for this invention.

You can list air knife coating method, curtain coating method, slide coating method, roller coating method, dip coating method, wire barcoat method, blade coating method, gravure coating method, spin coating method or extrusion coating method etc, as method which application is done in carrier, but it is not something which is limited in these.

It provides undercoating on carrier in accordance with also, necessary, or is possible to provide coating layer on light image forming layer.

As for undercoating and coating layer it is desirable to include pigment of binder and inorganic or organic.

#### [0031]

Regarding to this invention, as light source which you can use it is not something which especially is limited, you can use fluorescent lamp, mercury lamp, metal halide lamp, xenon lamp, tungsten lamp etc.

It can achieve fixation of image in this invention, effectively with contact of photooxidizer and reductant due to heating through the microcapsule wall, but synergistic effect can be expected by fact that it heats and it pressurizes simultaneously.

#### [0032]

##### [Working Example(s)]

Working Example is shown below, but this invention is not something which is limited in this.

Furthermore, "part" which shows addition quantity shows "parts by weight".

#### [0033]

##### (Working Example 1)

tris (4 - dimethylamino phenyl ) methane 1 part, tris (4 - diethyl amino - 2 - methylphenyl ) methane 2.4 part, 2, 2' - bis - ( o - chlorophenyl ) - 4 and 4' , 5,

ラフェニルビイミダゾール 6.6 部、トリブロモメチルフェニルスルホン 1.3 部及び酢酸 0.85 部をリン酸トリクレジル 24 部に十分に溶解した。

次にアルカリ可溶性ポリマーであるスチレン-アクリル酸コポリマー(Tg:102 deg C、重量平均分子量:8000)のアンモニウム水溶液 2.5%100 部に上記カプラー液を混合し、ホモミキサー(三井電機精器社製)で 12000~10000rpm で 3 分間攪拌し乳化液を得た。

得られた乳化液を 60 deg C に加温し、その温度に保持しながら 30 分間弱攪拌して分散液の pH が 7 になった時を終点とし、平均粒径が 5 μm のロイコ染料及び光酸化剤内包マイクロカプセル分散液を得た。

この分散液の固形分濃度を測定したところ 35%であった。

【0034】

次に、L-アスコルビル-6-パルミテート 10 部をカルボキシ変性ポリビニルアルコール 6 重量%水溶液 65 部に加えて横型サンドミルにて分散して、平均粒径 1 μ の還元剤含有分散液を得た。

【0035】

次に下記の組成の塗布液を調製した。

5'-tetra phenyl diimidazole 6.6 part , tribromo methylphenyl sulfone 1.3 part and acetic acid 0.85 section were melted in satisfactory in tricresyl phosphate 24 section.

It mixed above-mentioned coupler liquid to ammonium aqueous solution 2.5%100 parts of styrene -acrylic acid copolymer (Tg:102 deg C, weight average molecular weight :8000 ) which is a alkali solubility polymer next, with homogenizer (Mitsui electric equipment spirit vessel supplied ) 3 min agitated with 12000 - 10000 rpm and acquired emulsion .

While heating emulsion which it acquires to 60 deg C, keeping in the temperature 30 min weaknesses agitating, when pH of dispersion becomes 7, it made endpoint , average particle diameter acquired leuco dye and the photooxidizer encapsulation microcapsule dispersion of 5;μm .

When solid component concentration of this dispersion was measured it was 35%.

【0034】

Next, dispersing with horizontal type sand mill L-ascorbyl -6-palmitate 10 part in addition to carboxylated polyvinyl alcohol 6weight %aqueous solution 65 section, it acquired reducing agent containing dispersion of average particle diameter 1;μm.

【0035】

coating solution of below-mentioned composition was manufactured next.

上記マイクロカプセル分散液(35%)								70部
Above-mentioned microcapsule dispersion (35%)								70 sections
上記L-アスコルビル-6-パルミテート								75部
Description above L-ascorbyl - 6- palmitate								75 sections
20%シリカ(サイロイド404、富士デビソン化学(株)製)								
20% silica (Syloid 404, Fuji-Davison Chemical Ltd. make)								
分散液								10部
dispersion								10 part
30%エポキシ化ポリアミド樹脂(FL-71	東邦化学(株)製)							5部

FL- 7130% epoxidized polyamide resin		Toho Chemical Industry Co. Ltd. (DB 69-057-0510 )					55 part
10%スルホコハク酸4-メチルペンチル	エ ス	ル水溶液					5部
10% sulfosuccinic acid 4- methyl pentyl	S.	jp11 aqueous solution					55 part

この塗布液を上質紙(坪量 76g/m<sup>2</sup>)にコ-ティング  
ロッドで固形塗布量 6g/m<sup>2</sup> になるように塗布し、  
50 deg C で乾燥して光像形成材料を得た。

## 【0036】

## (実施例 2)

実施例 1 において、カプセル壁材溶解時に低沸  
点溶媒である酢酸エチル 10 部を添加した以外  
は実施例 1 と全く同様に行い、光像形成材料を  
得た。

## 【0037】

## (比較例 1)

トリス(4-ジメチルアミノフェニル)メタン 1 部、トリ  
ス(4-ジエチルアミノ-2-メチルフェニル)メタン 2.4  
部、2,2'-ビス-(o-クロロフェニル)-4,4',5,5'-テ  
トラフェニルビイミダゾール 6.6 部、トリブロモメチル  
フェニルスルホン 1.3 部及びキシリレンジイソシ  
アナ-トリメチロ-ルプロパン付加物の 75 重  
量%酢酸エチル溶液 33 部を酢酸エチル 53 部と  
トリキシレニルホスフェート 33 部の混合溶媒に  
添加し、溶解した。

この溶液を、カルボキシ変性ポリビニルアルコ  
ル 5 重量%水溶液 213 部の中に添加し、20 deg  
C で乳化分散し、平均粒径 1 μ の乳化液を得  
た。

得られた乳化液に水 88 部を加え、50 deg C にて  
3 時間攪拌した。

このとき、反応装置内を 100~180mmHg に減圧  
して気化した酢酸エチルを吸引、除去した。

その後室温にもどし、濾過してマイクロカプセル  
分散液を得た。

この分散液の固形分濃度を測定したところ  
25.0%であった。

## 【0038】

実施例 1 において、マイクロカプセル液を上記  
のものに換えた他は全く同様にして光像形成材

In order in high quality paper (weight 76g/m<sup>2</sup>) with  
coating rod to become solid coating amount 6g/m<sup>2</sup>,  
application it did this coating solution, dried with 50  
deg C and acquired light image molding material.

## 【0036】

## (Working Example 2)

In Working Example 1, at time of capsule wall material  
melting other than adding ethylacetate 10 part which is a low  
boiling solvent it did completely, in same way as Working  
Example 1 acquired light image molding material.

## 【0037】

## (Comparative Example 1)

tris (4 -dimethylamino phenyl ) methane 1 part , tris (4  
-diethyl amino -2- methylphenyl ) methane 2.4 part , 2,  
&bis - ( o-chlorophenyl ) - it added 4 and 4 & , 5,  
&-tetra phenyl diimidazole 6.6 part , tribromo  
methylphenyl sulfone 1.3 part and 75 weight %ethylacetate  
solution 33 sections of xylylene diisocyanate  
/trimethylolpropane adduct to mixed solvent of ethylacetate  
53 section and trixylenyl phosphate 33 section, melted.

It added this solution , in carboxylated polyvinyl alcohol  
5weight %aqueous solution 213 section, emulsification did  
with 20 deg C,acquired emulsion of average particle diameter  
1;mu.

To emulsion which it acquires 3 hours it agitated with 50 deg  
C including water 88 section.

At time of this , vacuum doing inside reactor in 100 -180  
mmHg , it absorbed and removed ethylacetate which  
evaporates.

After that you reset to room temperature , filtered and  
acquired microcapsule dispersion .

When solid component concentration of this dispersion was  
measured it was 25.0%.

## 【0038】

In Working Example 1, besides microcapsule liquid was  
changed into above-mentioned ones light image molding

料を得た。

【0039】

(比較例 2)

比較例 1 におけるマイクロカプセル分散液の調製時に、反応装置中の減圧を行わず、常圧で反応させた以外は比較例 1 と全く同様に行い、光像形成材料を得た。

【0040】

実施例 1~3 及び比較例 1~5 で得た光像形成材料の試験を以下の様に行った。

結果を表 1 に示す。

【0041】

(1)画像濃度の評価

得られた光像形成材料に対して、線画の原稿を介してジェットライト(超高压水銀灯、オーク(株)製)により光照射し、青色の画像を得た。

ついで 120 deg C の加熱ローラーに 450mm/分の速度で通し未露光部を定着し、露光部の画像濃度をマクベス反射濃度計で測定した。

【0042】

(2)酢酸エチル濃度

前記各実施例、比較例の調整に用いたマイクロカプセル分散液 0.1g を 20ml のメスフラスコに秤取り、メタノールを加えて正確に 20ml とした。

マイクロシリレンジにて前記メタノール溶液 2ml を秤取り、ガスクロマトグラフ質量分析装置(M-80B:日立製作所製)に注入した。

カラムは TENAX3mmφ × 1m を用い、酢酸エチルの m/z ピークである m/z=43 のピークを用いて測定した。

【0043】

(3)液量増加率

仕込み時の配合液量に対するカプセル調液時の最大液量から、液量の増加率(%)を求めた。

【0044】

【表 1】

material was acquired with completely as similar.

[0039]

(Comparative Example 2)

When manufacturing microcapsule dispersion in Comparative Example 1, it did not do vacuum in reactor, other than reacting with ambient pressure, it did completely, in same way as Comparative Example 1 acquired light image molding material.

[0040]

It tested light image molding material which is acquired with Working Example 1~3 and Comparative Example 1~5 like below.

Result is shown in Table 1.

[0041]

evaluation of (1) image density

Through original of line drawing, vis-a-vis light image molding material which it acquires, illumination it did with jet light (ultrahigh pressure mercury lamp, Orc Manufacturing Co., Ltd. make), acquired image of blue.

Next, it passed to heater roller of 120 deg C with velocity of 450 mm/min and unexposed part became fixed, measured image density of exposed part with the Macbeth reflecting densitometer.

[0042]

(2) ethylacetate concentration

Balance taking it did microcapsule dispersion 0.1 g which is used for adjustment of aforementioned each Working Example, Comparative Example in graduated flask of 20 ml, it made 20 ml precisely including methanol.

Balance taking it did aforementioned methanol solution 2ml with microsyringe, filled to gas chromatograph mass spectrometer (M-80B:Hitachi make).

It measured column making use of peak of m/z=43 which is a m/z peak of ethylacetate making use of TENAX3mm diameter X 1m.

[0043]

(3) liquid volume rate of increase

From maximum liquid volume at time of capsule solution preparation for combined liquid quantity at the time of addition, rate of increase (%) of liquid volume was sought.

[0044]

[Table 1]

	発色性	酢酸エチル 濃度 (%)	液量増加率 (%)
実施例 1	1. 0 6	0	100 ~110
実施例 2	1. 0 5	0. 5	100 ~110
比較例 1	1. 0 6	1. 0	200 ~300
比較例 2	1. 0 6	4. 0	200 ~300

## 【0045】

上記表 1 の結果から、本発明の光像形成材料は、製造時に酢酸エチルの減圧除去を行うことなく、また、マイクロカプセル調整時の液量の増加もなく、発色性に優れた光像形成材料を得ることができることが分かる。

一方、比較例の光像形成材料は、製造時に酢酸エチルの減圧除去を行う必要があり、それを行わないとカプセル中に多量の酢酸エチルが残存することがわかった。

また、マイクロカプセル化反応時に液量が 2~3 倍に増加したため、液量の増加を配慮して大型の反応装置の準備を要することがわかった。

## 【0046】

## 【発明の効果】

本発明の光像形成材料は、記録前の保存性や記録時の発色性が良好であり、且つ、製造時の酢酸エチル等の溶剤の吸引を必要とせず、小型の反応装置においても製造可能であるという優れた効果を奏する。

## 【0045】

From result of above-mentioned Table 1, as for light image molding material of the this invention, when producing without removing ethylacetate vacuum, in addition, it understands that light image molding material which is superior in color development without either increase of liquid volume at time of microcapsule adjustment, can be acquired.

On one hand, unless light image molding material of Comparative Example when producing has the necessity to remove ethylacetate vacuum, does that it understood that the ethylacetate of large amount remains in capsule.

In addition, because at time of microencapsulation reaction liquid volume increases in 2- 3 times, considering increase of liquid volume, it understood that it requires preparation of reactor of large type.

## 【0046】

## [Effects of the Invention]

As for light image molding material of this invention, storage property of prerecording and color development when recording being satisfactory, at same time, absorption of the ethylacetate or other solvent when producing it does not need, it is a producible regarding the reactor of miniature and it possesses effect which is superior.